



NORGE

(12) PATENT

(19) NO

(11) 313183

(13) B1

(51) Int Cl⁷ B 27 K 5/02

BEST AVAILABLE COPY

Patentstyret

(21) Søknadsnr
(22) Inng. dag
(24) Løpedag
(41) Alm. tilgj.
(45) Meddelt dato

20005137
2000.10.12
2000.10.12
2002.04.15
2002.08.26

(86) Int. inng. dag og
søknadsnummer
(85) Videreføringsdag
(30) Prioritet

Ingen

(71) Patenthaver
(72) Oppfinner
(74) Fullmektig

Marc Schneider, Clements Drive 999, Fredericton, NB E3A 7J3, CA
Marc Schneider, Fredericton, NB E3A 7J3, CA
Onsagers AS, 0103 Oslo

(54) Benevnelse

Furanpolymer-impregnert tre, fremgangsmåte til fremstilling og anvendelse
derav

(56) Anførte publikasjoner

US 3622380, US 4678715

(57) Sammendrag

Den foreliggende oppfinnelsen angår et furan polymer-impregnert tre som er ensartet i farge og tetthet over hele den behandlede sonen. For å oppnå det polymerimpregnerte treet har et modertre blitt impregnert med en blanding inneholdende polymeriserbare organiske forbindelser av furfurylalkohol og minst én ytterligere forbindelse. Oppfinnelsen angår også en fremgangsmåte til fremstilling av et furanpolymer-impregnert tre og anvendelser derav.

Oppfinnelsen som er beskrevet her angår et furanpolymer-impregneret tre som er ensartet med hensyn på farge og tetthet over hele den behandlede sonen. For å oppnå dette polymer-impregnerte treet har et modertre blitt impregneret med en blanding inneholdende polymeriserbare, organiske forbindelser av furfurylalkohol og minst én ytterligere forbindelse. Oppfinnelsen angår også en fremgangsmåte for å fremstille et furanpolymer-impregneret tre og anvendelser derav.

Tidligere teknikk for å fremstille et furanpolymer-impregneret tre ved impregnering av tre med en furfurylalkoholløsning og deretter polymerisering av furfurylalkoholen på innsiden av treet, som produserer en mørkebrun trepolymerkompositt i behandlede soner, er blitt utført på forskjellige måter, som beskrevet i det etterfølgende.

1. Initiatorer

I den eldste metoden var initiatorer vannløselige salter, spesielt sinkklorid. Saltet ble oppløst i vann og deretter ble løsningen tilsatt til furfurylalkoholen. Saltvekt var omtrent 5 % av furfurylalkoholvekten. Denne blandingen ble deretter impregneret inn i tre og polymerisert ved anvendelse av varme. Etter hvert som impregnering fant sted ble vannet og saltet holdt i treet nær overflaten. Furfurylalkohol som gikk dypere inn i treet, var derfor fortynnet med initiator og herdet ikke så bra. Derfor ble denne metoden begrenset til korte eller tynne trestykker.

En nyere metode anvendte en to-trinns prosess. Først ble det laget en sinkklorid-løsning i vann. Denne ble impregneret inn i tre og treet ble tørket. Mengden av tørket salt var omtrent 5 % av den beregnede mengden av furfurylalkohol som ville bli impregneret i det neste trinnet. Deretter ble treet impregneret med furfurylalkohol. Den ble deretter herdet ved anvendelse av varme. Et ensartet materiale ble dannet ved denne metoden, men den krevde to impregnerings- og tørkettrinns.

2. Materialstørrelse

For den eldre metoden var tynne seksjoner og korte lengder av tre nødvendig av grunner nevnt ovenfor. Materialet av tømmerstørrelse hadde sterk farge- og tetthetsgradienter når de ble behandlet slik, med mørkere og mer kompakt materiale nær overflatene av det behandlede treet. I sonene nær overflatene (eller i små stykker) som var behandlet grundig, var behandlede tettheter i området fra 0,9 g/ml til 1,15 g/ml, mens i det indre nærmet tettheten seg det til modertreet, og uherdet furfurylalkohol var vanligvis tilstede.

Den nyere metoden var ikke størrelsesbegrenset som den eldre metoden, men metoden tok en del lengre tid siden tørking i det første trinnet krevde forsiktighet for å forhindre sprekking og varping.

3. Materialfarge

På grunn av gradientene ved anvendelse av den eldre metoden nevnt ovenfor varierte materialets farge med dybden fra overflatene. Maskinbehandling eller
5 sliping med sandpapir eksponerte derfor materiale av lysere farge, hvor fargen varierte med avstanden fra overflaten. Den nyere metoden hadde utmerket farge over hele.

Et av hovedformålene med den foreliggende oppfinnelsen er å tilveiebringe et furanpolymer-impregnert tre ved anvendelse av minst to kjemikalier for å oppnå en ensartet impregneringsløsning.

10 Et annet formål med denne oppfinnelsen er å tilveiebringe en ensartet fordeling av kjemikaliene i furanpolymer-impregnerte treet som er ensartet i farge og tetthet over hele den behandlede sonen, som gir en jevn, mørk farge. Dette oppnås ved ett impregneringstrinn.

15 Et ytterligere formål med denne oppfinnelsen er å tilveiebringe et furanpolymer-impregnert tre som har forbedrede egenskaper hva angår blant annet dimensjonsstabilitet og råtebestandighet.

Ifølge den foreliggende oppfinnelsen oppnås det foregående og andre formål ved et produkt, fremgangsmåte og anvendelser derav som beskrevet i patentkravene.

20 I én utførelsesform av denne oppfinnelsen tilveiebringes det et furanpolymer-impregnert tre, som er kjennetegnet ved tre impregnert med polymeriserbar furfuralalkoholmonomerløsning inneholdende minst furfurylalkohol og en ytterligere forbindelse valgt fra maleinsyreanhydrid, ftalsyreanhydrid, maleinsyre, epletsyre, ftalsyre, og kombinasjoner derav.

25 I en annen utførelsesform av denne oppfinnelsen tilveiebringes det en fremgangsmåte til fremstilling av et furanpolymer-impregnert tre, som er kjennetegnet ved at treet impregneres ved ett impregneringstrinn med polymeriserbar furfuralalkohol-monomerløsning inneholdende minst furfurylalkohol og minst én ytterligere forbindelse valgt fra gruppen bestående av maleinsyreanhydrid, ftalsyreanhydrid, maleinsyre, epletsyre, ftalsyre, og
30 kombinasjoner derav, etterfulgt av et herdetrinn.

I en ytterligere utførelsesform av oppfinnelsen er det tilveiebrakt anvendelse av et furanpolymer-impregnert tre ifølge hvilket som helst av kravene 1 til 8 eller som fremstilt ifølge hvilke som helst av kravene 9 til 11.

35 Det viktigste med oppfinnelsen er anvendelsen av én eller flere kjemikalier som virker som nye initiatorer. Disse initiatorene har lignende affinitet for tre som furfurylalkohol og går derfor inn i treet og forblir i løsning så dypt som den

- penetrerer. Hvor løsningen enn penetrerer er den polymeriserbar. Initiatorene er valgt fra en hvilken som helst anhydrid-inneholdende forbindelse samt syrer valgt fra gruppen av maleinsyre, eplesyre, ftalsyre, og stearinsyre. Imidlertid anvendes fortrinnsvis en forbindelse valgt fra maleinsyreanhydrid, eplesyreanhydrid, ftalsyreanhydrid og kombinasjoner derav. Mer foretrukket anvendes maleinsyreanhydrid eller ftalsyreanhydrid eller en kombinasjon derav, mest foretrukket maleinsyreanhydrid eller ftalsyreanhydrid. For å lage en behandlingsløsning løses minst én av disse initiatorene, fortrinnsvis bare én av disse initiatorene, direkte i furfurylalkohol, som danner en løsning som har flere måneders levetid ved romtemperatur. Konsentrasjonen varierer fra ca. 5 % til ca. 20 % basert på vekten av furfurylalkohol. De lavere konsentrasjonene har lengre lagringstid og herder langsommere når de oppvarmes. De høyere konsentrasjonene anvendes når raskere herdinger er nødvendig, når lavere enn normalt herdede temperaturer er nødvendig eller ved anvendelse av tre som inneholder inhibitorer til polymerisasjon.
- 15 Impregnering av treet med den initierte behandlingsløsningen utføres ved anvendelse av en full-celle prosess, som anvender et startvakuum etterfulgt av super-atmosfærisk trykk som varierer fra ca. 1 til ca. 20 atmosfærer. Startvakuum kan være i området fra ca. 5 min. til ca. 30 min. eller mer, og super-atmosfærisk trykk kan være i området fra ca. 20 min. til ca. 1 h eller mer.
- 20 Herding utføres ved anvendelse av varme levert av varmluft, damp, varm olje, eller høyfrekvensoppvarming. Varmen aktiverer initiatorene og starter polymerisasjon. Vanlig herdetemperatur kan være i området fra ca. 70°C til ca. 140°C. Herding krever enten noe tid ved 90°C etterfulgt av noe tid ved ca. 140°C, eller bare noe tid ved ca. 140°C. Tider vil variere med størrelsen av materialet og type ovn.
- 25 Herdetiden kan være i området fra ca. ½ h til ca. 12 h, særlig fra ca. ½ h til ca. 6 h. Tiden er ikke kritisk og det er heller ikke den lavere temperaturen. Men det høyere temperaturtrinnet er nytt og er kritisk for å oppnå et produkt av god kvalitet. Ved anvendelse av varm luft er herdetemperaturen ca. 90°C. Materialet er plassert i den oppvarmede omgivelsen. Når den når ca. 90°C, begynner en eksoterm
- 30 polymerisasjonsreaksjon. Den ytterligere varmen generert ved reaksjonen akselererer herding, som er avsluttet i løpet av noen få min. Deretter heves temperaturen til ca. 140°C i ca. 1 time for å drive ut reaksjonsprodukter og uherdet monomer(er). Sluttrinnet for den høye temperaturen etter herding er en viktig del av oppfinnelsen. Alternativt kan en temperatur som gir brennmerker til det
- 35 treholdige materialet anvendes som maksimaltemperaturen (brenntemperaturen). Når en atmosfære av luft anvendes, vil oksygen lettere gi brennmerker. For å unngå dette problemet bør det anvendes en atmosfære fri for oksygen.

Startmaterialet er et treholdig materiale, vanligvis tømmer, som omfatter plank (tykk tømmer), men kan også være trekompositter slik som OSB (oriented strand

board) og sponplate. Materialer av en hvilken som helst dimensjon kan benyttes, fortrinnsvis store dimensjoner, hvor maksimaldimensjonen av lengden av sluttmaterialet er 100 m, maksimaldimensjonen av sluttmaterialets diameter er 7 m, og maksimaldimensjonen av sluttmaterialets tverrsnitt er 40 m². Vanligvis er

5 tømmer (plank) maksimalt 50 mm tykke. Lengden er imidlertid viktigere siden behandlingsløsningen går svært raskt langs lengden men svært sakte over tverrsnittet. Med permeable trær som bøk og bjørk bestemmes behandlingens ensartethet ved hvor godt behandlingsløsningen forblir ensartet når den går langs

10 lengden. Når impregneringen er ferdig har det treholdige materialet dannet ved denne metoden ensartede egenskaper over det hele. Farge, bestandighet overfor fuktighet og forringelse og mekaniske egenskaper er det samme over det hele. Egenskapene og fargen til de enkelte tømmerstykkene behandlet på denne måten

15 avhenger av fyllingen av mottatt polymer. Forskjellige typer tre, og til og med forskjellige bord av samme typer, kan impregnere på forskjellig måte. De bordene som aksepterer mer polymer, har en mørkere farge og større hardhet. Imidlertid er bestandighet overfor fuktighet og forringelse lite påvirket av fylling.

Fuktighetsinnhold i det treholdige materialet kan være i området opp til ca. 30 %, særlig mer enn ca. 15 %, men kan også være lavere enn 15 %. Imidlertid er fuktighetsinnholdet i det treholdige materialet ikke kritisk.

20 Treholdig materiale, omfattende billige typer og skrapmateriale, kan anvendes for å produsere edle treprodukter slik som imitasjonsteak, mahogni, spanskrørpalme og andre, og kan også gi de nye egenskaper som vannbestandighet og enklere og reduserte vedlikeholds krav.

Det følgende eksemplet vil ytterligere illustrere oppfinnelsen.

25 EKSEMPEL

Bord av tre typer av løvtre (hardwood) omtrent 1 m lange og 12 mm tykke ble buntet sammen og vakuumtrykk-impregnert ved anvendelse av en

behandlingsløsning inneholdende 5 % maleinsyreanhydrid og 95 % furfurylalkohol. Herding ble utført i en varmluftsovn ved 95°C i 2 h etterfulgt av 3 h ved 140°C.

30 Ved hvert behandlingstrinn ble hver bunt veid. På slutten ble omdannelsen av monomer til polymer beregnet, ved at man visste tapet av reaksjonsproduktene. Noen bord ble gjennomskåret etter behandling og deres behandlingensartethet ble evaluert ved anvendelse av fargeendring.

Behandlingsdata er gitt i tabellen under, hvor tretype 1 er bøk, tretype 2 er lønn og

35 tretype 3 er bjørk.

	A	b	C	d	E	f	G	H
	6 % MC ubehandlet kg	Beregnet OD kg	6 % MC behandlet kg	OD herdet kg	Monom. %	Polym. %	Polym. omdannelse %	Tetthet g/ml
1	30,00	28,30	54,24	48,94	92	73	98	1,12
2	30,90	29,15	56,30	49,10	93	68	90	1,04
3	25,36	23,92	50,78	43,22	112	81	88	0,99

hvor

- a) er vekt som mottatt ved 6 % fuktighetsinnhold (MC)
- 5 b) er den beregnede ovns-tørre (0 % MC) vekten
- c) er den registrerte vekten etter impregnering (som fortsatt inneholder fuktighet)
- d) vekt etter herding, med fuktighet også frigjort på grunn av oppvarming
- e) prosent monomer i tre (fra c) basert på beregnet OD vekt
- f) prosent polymer i tre (fra d) basert på beregnet OD vekt
- 10 g) prosenten av monomeren som ble omdannet til polymer under herding
- h) er den endelige, herdede tettheten

Lønn og bjørk oppførte seg på samme måte overfor hverandre. De impregnerte ganske bra, men overflater var noe bedre behandlet enn det indre som var lysere brun. De hadde noe lavere opptak, tettheter og omdannelseseffektiviteter enn bøk.

15 Bøk hadde det høyeste opptaket og omdannelsen og tettheten, og var homogent behandlet over det hele. Den var den beste anvendte typen. Den hadde homogen, mørkebrun farge over det hele når den var gjennomskåret.

Den nye impregneringsformen og herdeforløpet produserte ensartet trepolymer-kompositt ved anvendelse av bøk, og ganske ensartet materiale ved anvendelse av lønn og bjørk.

20

PATENTKRAV

1. Furanpolymer-impregnert tre,
karakterisert ved tre impregnert med polymeriserbar furfuralalkohol-
monomerløsning inneholdende minst furfurylalkohol og en ytterligere forbindelse
5 valgt fra maleinsyreanhydrid, ftalsyreanhydrid, maleinsyre, eplesyre, ftalsyre, og
kombinasjoner derav.
2. Furanpolymer-impregnert tre ifølge krav 1,
karakterisert ved at den ene ytterligere forbindelsen er maleinsyre-
anhydrid.
- 10 3. Furanpolymer-impregnert tre ifølge krav 1,
karakterisert ved at den ene ytterligere forbindelsen er ftalsyreanhydrid.
4. Furanpolymer-impregnert tre ifølge hvilket som helst av de foregående krav,
karakterisert ved at den ene ytterligere forbindelsen er maleinsyre.
5. Furanpolymer-impregnert tre ifølge hvilket som helst av de foregående krav,
15 karakterisert ved at den ene ytterligere forbindelsen er eplesyre.
6. Furanpolymer-impregnert tre ifølge hvilket som helst av de foregående krav,
karakterisert ved at den ene ytterligere forbindelsen er ftalsyre.
7. Furanpolymer-impregnert tre ifølge hvilket som helst av de foregående krav,
karakterisert ved at den ene ytterligere forbindelsen er oppløst direkte i
20 furfurylalkohol for å lage en behandlingsløsning.
8. Furanpolymer-impregnert tre ifølge krav 7,
karakterisert ved at konsentrasjonen av den ene ytterligere forbindelsen
i behandlingsløsningen er fra 5 til 20 % basert på vekten av furfurylalkohol.
9. Fremgangsmåte til fremstilling av et furanpolymer-impregnert tre,
25 karakterisert ved at treet impregneres ved ett impregneringstrinn med
polymeriserbar furfuralalkohol-monomerløsning inneholdende minst
furfurylalkohol og minst én ytterligere forbindelse valgt fra gruppen bestående av
maleinsyreanhydrid, ftalsyreanhydrid, maleinsyre, eplesyre, ftalsyre, og
kombinasjoner derav, etterfulgt av et herdetrinn.
- 30 10. Fremgangsmåte ifølge krav 9,
karakterisert ved at herdingen utføres ved anvendelse av en temperatur
i området fra 70 til 140°C.

11. Fremgangsmåte ifølge krav 10, karakterisert ved at herdingen krever enten mellom 10 min. til 2 h ved ca. 90°C etterfulgt av 15 min. til 4 h ved ca. 140°C, eller bare mellom 15 min. til 4 h ved ca. 140°C, avhengig av størrelsen av materialet og type ovn anvendt.
- 5 12. Anvendelse av furanpolymer-impregnert tre som fremstilt ifølge krav 9-11, som knivhåndtak, kjøkkentøy (skjeer, gafler, skjære Brett, boller), møbler, innendørs gulv, innbygninger, bygningsdeler (skilt, listverk, bordkledning, sviller, rammer), båtdeler (tverrstenger, gulv, dekkskant, dekksgulv, møbel, avbindinger), marine artikler (dokker, pirer, hummerteiner), utendørsmøbel, geværkolber og
- 10 pistolgrep, musikkinstrumentdeler (pianotangenter, fiolin og gitargripe Brett og -broer), kjøletårnsprosser, utendørs gangveier, containere (tanker for kaustisk materiale eller korroderende materiale), maskindeler (transportsprosser, sagbladføring, sag- og høvelbordplate

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.